

Рентгенофазовый анализ фуллеренсодержащих материалов, полученных при высокотемпературной обработке

Батиаишвили Лали Алексеевна

Максимова Елена Михайловна, Наухацкий Игорь Анатольевич

Крымский федеральный университет имени В.И. Вернадского

Физико-технический институт

Максимова Елена Михайловна, к.ф.-м.н.

Laliko2208@gmail.com

В настоящее время фуллерены являются одним из наиболее востребованных продуктов нанотехнологий и широко используются для производства композиционных материалов, полимерных покрытий, алмазных пленок, а также в медицине, биологии и др. Метод рентгенофазового анализа является методом, позволяющим контролировать производительность и чистоту протекания различных этапов технологического процесса синтеза, очистки и разделения фуллеренов.

Цель работы. Целью настоящей работы было изучение фазового состава высокотемпературного углеродосодержащего материала, служащего основой для получения фуллерена C₆₀.

Метод исследования и оборудование. Рентгеноструктурные исследования проводились на дифрактометре общего назначения ДРОН-3 (фокусировка по Брэггу-Брентано) с использованием медного монокроматического излучения Cu K α в угловом диапазоне 2 θ от 10 до 40°. Первичный и вторичный пучок ограничен щелями, горизонтальной - 0,25 мм., вертикальной - 6 мм., щелями Соллера - 0,5мм. Осуществлялось вращение исследуемой пробы в собственной плоскости со скоростью 120 оборотов в минуту.

После определения угловых положений дифракционных пиков, по формуле Вульфа-Брегга рассчитывались межплоскостные расстояния d/n:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

где d – межплоскостное расстояние;

θ – угол расположения дифракционного пика (угол Брегга);

n – порядок отражения;

λ – длина волны рентгеновского излучения.

Идентификация фаз проводилась с использованием дифрактометрической базы [1].

Результаты и обсуждение. Известно, что в конденсированном состоянии фуллерены образуют молекулярный кристалл, имеющий кубическую гранецентрированную решетку – фуллерит [2]. На дифрактограмме фуллеренсодержащего высокотемпературного образца сажу наблюдается ряд пиков, характерных для фуллерита C₆₀, (рис. 1), а также ряд пиков от других кристаллических фаз.

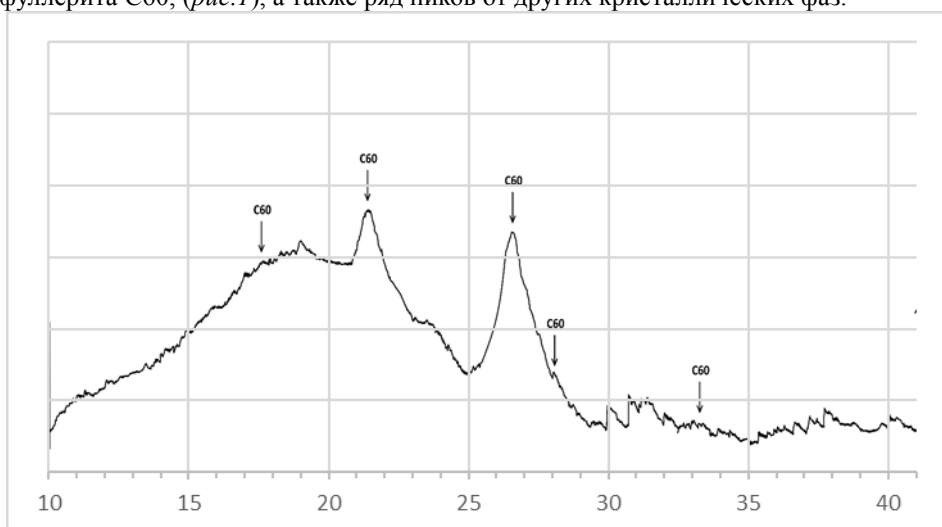


рис. 1. Дифрактограмма фуллеренсодержащего высокотемпературного образца

Однако, в малоугловой области наблюдается достаточно большое аморфное гало, указывающее на то, что не все фазы в исследованном образце находятся в упорядоченном состоянии.

Методом сепарации из исходного образца был получен образец, дифрактограмма которого приводится на (рис.2).

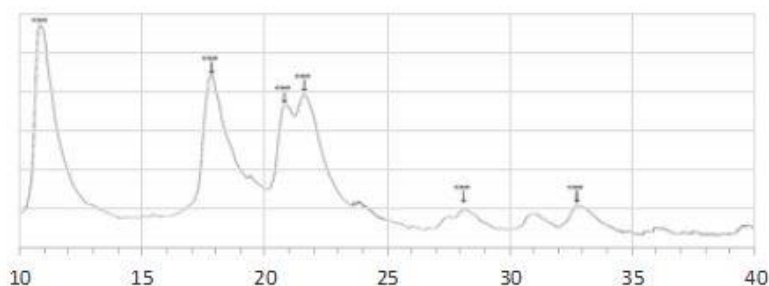


рис. 2. Дифрактограмма сепарированного фуллеренсодержащего высокотемпературного образца.

Анализ дифрактограммы (рис.2) показывает, что, сепарированный образец представляет собой однофазный фуллерит, имеющий кубическую гранецентрированную кристаллическую решетку с параметром элементарной ячейки $a=1,42$ нм. Вследствие большого параметра элементарной ячейки, первые и наиболее сильные отражения наблюдаются при достаточно малых углах рассеяния, начиная с 10° .

В заключение, авторы выражают благодарность за образцы, предоставленные для исследования, доценту кафедры радиофизики и электроники ФТИ КФУ имени В.И. Вернадского Мазинуву А.С.-А.

Список публикаций:

[1] Crystallography Open Database // <http://www.crystallography.net/>

[2] Никитина Е. А.// НОЦ «Плазма». Петрозаводск. 2003. 22 с.

Структура и электрофизические свойства твердых растворов церата бария

Булаева Елена Александровна

Челябинский государственный университет

Луницкая Юлия Александровна, к.ф.-м.н.

13735446@mail.ru

Сложные оксиды семейства ABO_3 , имеющие структурный тип перовскита, являются перспективными протонпроводящими керамическими материалами и применяются в качестве электролитов в топливных элементах, электролизерах водяного пара и т.д. Наибольший интерес представляют соединения церата бария с высокой степенью разупорядоченности катионной и анионной подрешеток. Протонная проводимость в таких соединениях напрямую зависит от количества кислородных вакансий в анионной подрешетке и изменения зарядового состояния катионов в позициях В, которое в данном случае может быть достигнуто иновалентным замещением Ce^{4+} на ионы низшей валентности в этих позициях. Получить такие материалы можно методом полимерных комплексов (м. Печини) или путем твердофазного синтеза в системе $BaCO_3 - CeO_2 - Me_2O_3$ при нагревании, где Me^{3+} - Y, Pr, Sm, Gd.

Цель настоящей работы – изучение структурных особенностей твердых растворов церата бария при частичном замещении Ce^{4+} на Me^{3+} металлов и электрофизических свойств полученных соединений.

Полнопрофильный анализ исследуемых образцов проводили при использовании программного комплекса GSAS. Измерения электропроводности на переменном токе осуществляли с помощью измерителя RLC Aktakom AM - 3028 при частоте 10^5 Гц.

Данные рентгеновского анализа показывают, что в данной оксидной системе при температуре синтеза 1223 К образуются твердые растворы $BaCe_{1-x}Me_xO_{3-\delta}$, имеющие структуру типа перовскита. Для перовскитовых фаз установлено, что с увеличением ионного радиуса допанта параметр a и объем V элементарной ячейки монотонно возрастают.

В интервале температур 300 – 973 К на переменном токе исследована зависимость электропроводности синтезированных фаз от обратной температуры. Показано, что величина энергии активации проводимости исследуемых образцов уменьшается с увеличением ионного радиуса примесного иона. При этом наибольшее значение проводимости достигается в фазе состава $BaCe_{0.9}Gd_{0.1}O_{3-\delta}$.